

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4880447号
(P4880447)

(45) 発行日 平成24年2月22日(2012.2.22)

(24) 登録日 平成23年12月9日(2011.12.9)

| | | |
|--------------|-----------|-----------------|
| (51) Int.Cl. | F 1 | |
| CO4B 35/52 | (2006.01) | CO4B 35/52 301B |
| CO4B 41/88 | (2006.01) | CO4B 41/88 R |
| HO1L 23/373 | (2006.01) | CO4B 41/88 V |
| C22C 26/00 | (2006.01) | HO1L 23/36 M |
| C22C 1/05 | (2006.01) | C22C 26/00 A |

請求項の数 14 (全 7 頁) 最終頁に続く

| | | | |
|---------------|-------------------------------|----------------|--------------|
| (21) 出願番号 | 特願2006-503938 (P2006-503938) | (73) 特許権者 | 390040486 |
| (86) (22) 出願日 | 平成16年1月20日 (2004.1.20) | プランゼー エスエー | |
| (65) 公表番号 | 特表2006-524173 (P2006-524173A) | オーストリア国 | 6600 ロイッテ メ |
| (43) 公表日 | 平成18年10月26日 (2006.10.26) | タルヴェルク | プランゼー・シュトラーセ |
| (86) 國際出願番号 | PCT/AT2004/000018 | 71 | |
| (87) 國際公開番号 | W02004/080914 | (74) 代理人 | 100075166 |
| (87) 國際公開日 | 平成16年9月23日 (2004.9.23) | 弁理士 | 山口巖 |
| 審査請求日 | 平成18年12月11日 (2006.12.11) | (72) 発明者 | リュトケ、アルント |
| (31) 優先権主張番号 | GM164/2003 | オーストリア国 | ア-6600 ロイッテ |
| (32) 優先日 | 平成15年3月11日 (2003.3.11) | クランケンハウスシュトラーセ | 5 |
| (33) 優先権主張国 | オーストリア(AT) | 審査官 | 櫻木伸一郎 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】高熱伝導率のヒートシンク

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平均粒径 5 ~ 300 μm のダイヤモンド粒子を 40 ~ 90 体積% 含む複合材料から成るヒートシンク用の部品において、前記複合材料が、0.005 体積% 以上の珪素・炭素化合物と、7 ~ 49 体積% の Ag、Au 又は Al 豊富相と、0 ~ 5 体積% のその他の相とを含み、ダイヤモンド粒子の表面が珪素・炭素化合物で少なくとも 60 % 覆われていることを特徴とする部品。

【請求項 2】

珪素・炭素化合物が SiC であることを特徴とする請求項 1 記載の部品。

【請求項 3】

Ag、Au 又は Al 豊富相が Cu および / 又は Ni を含むことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の部品。

【請求項 4】

Cu および / 又は Ni を含む Ag、Au 又は Al 豊富相が、更に Si をも含むことを特徴とする請求項 3 記載の部品。

【請求項 5】

珪素・炭素化合物が、主に或いは専らダイヤモンドの炭素と珪素との反応によって形成されたことを特徴とする請求項 1 から 4 の 1 つに記載の部品。

【請求項 6】

ダイヤモンド粒径が 50 ~ 150 μm であることを特徴とする請求項 1 から 5 の 1 つに

記載の部品。

【請求項 7】

複合材料が、0.1～7体積%の炭化珪素と、7～30体積%のAg、Au又はAl豊富相とを含むことを特徴とする請求項1から6の1つに記載の部品。

【請求項 8】

複合材料が、0.1～7体積%の炭化珪素と、7～30体積%のAgとを含むことを特徴とする請求項1から7の1つに記載の部品。

【請求項 9】

Ni、Cu、Au若しくはAg又はそれらの合金から成る金属被覆が設けられたことを特徴とする請求項1から8の1つに記載の部品。

10

【請求項 10】

セラミック枠がろう付けされたことを特徴とする請求項1から9の1つに記載の部品。

【請求項 11】

請求項1から10の1つに記載の部品を製造する方法において、

粒径5～300μmのダイヤモンド粒子とポリマ又はワックスに基づく結合剤とを含み、結合剤分量が1～20重量%である中間物を製造し、

中間物を型の中に無圧で又は加圧して充填して成形し、

結合剤を少なくとも部分的に熱分解すべく、保護雰囲気中で中間物を1200以下の温度に加熱することによって多孔性ダイヤモンド体を製造し、

多孔性ダイヤモンド体およびSi含有量が50重量%未満である珪素含有Ag、Au又はAl合金を、これらの各Ag、Au又はAl合金の液相線以上の温度に真空中で加熱することで、多孔性ダイヤモンド体に前記珪素含有Ag、Au又はAl合金を浸透させ、前記珪素を、熱分解済み結合剤の炭素及びダイヤモンドと少なくとも部分的に反応させ炭化珪素に転換する

20

工程を少なくとも含むことを特徴とする部品の製造方法。

【請求項 12】

請求項1から10の1つに記載の部品を製造する方法において、

粒径5～300μmのダイヤモンド粒子とポリマ又はワックスに基づく結合剤とを含み、結合剤分量が1～20重量%である中間物を製造し、

中間物を型の中に無圧で又は加圧して充填して成形し、

30

結合剤を少なくとも部分的に熱分解すべく、保護雰囲気中で中間物を1200以下の温度に加熱することで多孔性ダイヤモンド体を製造し、

Si含有量が50重量%未満である珪素含有Ag、Au又はAl合金を、これらの各Ag、Au又はAl合金の液相線以上の温度に加熱して多孔性ダイヤモンド体に加圧浸透させる工程を少なくとも含むことを特徴とする部品の製造方法。

【請求項 13】

浸透のためにAg・Si共晶合金を利用することを特徴とする請求項11又は12記載の方法。

【請求項 14】

半導体構成要素のヒートシンクとして利用することを特徴とする請求項1から10の1つに記載の部品の利用方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、平均粒径5～300μmのダイヤモンド粒子を40～90体積%含む複合材料から成るヒートシンクとしての部品およびその製造方法に関する。

【0002】

ヒートシンクは電子構成要素を製造する際に広く利用されている。ヒートシンクの他に半導体構成要素および機械的に強固な容器が、電子パッケージの主要部品である。ヒートシンクに対して、基板、ヒートスプレッダ或いはサポートプレートの用語もしばしば使わ

50

れている。半導体構成要素は、例えば単結晶珪素又は砒化ガリウムから成っている。この半導体構成要素はヒートシンクに結合され、接合技術として、通常はんだ付け法が利用されている。ヒートシンクは、半導体構成要素の運転中に生ずる熱を排出する機能を持つ。特に発熱量の大きな半導体構成要素は、例えばL D M O S (横拡散金属酸化物半導体)、レーザダイオード、C P U (中央処理装置)、M P U (マイクロプロセッサ装置)或いはH F A D (高周波增幅装置)である。ヒートシンクの幾何学形状は用途特有であり、種々存在する。単純な形状は小平板である。しかし凹所や段部を備え、複雑に形成された基板も採用される。またヒートシンク自体は機械的に強固な容器に結合される。使用する半導体材料の熱膨張率は他の材料に比べて小さく、珪素の場合 $2.1 \sim 4.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 、砒化ガリウムの場合 $5.6 \sim 5.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ である。例えばGe、In、Ga、As、P或いは炭化珪素等の工業上まだ広く採用されていない他の半導体材料も、同様に小さな熱膨張率を持つ。容器として、通常、セラミック材料、材料複合物或いはプラスチックが利用されている。例えばセラミック材料に対し、熱膨張率 $6.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ のAl₂O₃或いは $4.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ の窒化アルミニウムが利用される。

【0003】

関与する構成要素の膨張挙動が異なると材料複合体に応力が発生し、構成要素に歪み、分離或いは破壊が生じる。応力はパッケージの製造時に既に、詳しくははんだ付け温度から室温迄の冷却過程中に生ずる。しかし運転中にもパッケージの温度変化が生じて、例えば $-50 \sim 200$ に達し、パッケージ内に熱機械的応力を生じさせる。そのためにヒートシンク用材料に要求が課せられる。即ち、一方で運転中の半導体構成要素の温度上昇をできるだけ小さくすべく、その材料はできるだけ高い熱伝導率を有さねばならない。他方でその熱膨張率を半導体構成要素の熱膨張率並びに外被の熱膨張率にできるだけ適合させる必要がある。単相金属材料は、高熱伝導率の材料が高い熱膨張率をも有する故、要求された特性プロファイルを十分に満たせない。従って要求に応ずるべく、基板の製造に、複合材料又は材料複合体が採用される。通常のタングステン・銅複合材料およびモリブデン・銅複合材料或いは例えば欧洲特許第0100232号明細書、米国特許第4950554号および第5493153号明細書に記載されている材料複合体は、室温において熱膨張率 $6.5 \sim 9.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ で、 $170 \sim 250 \text{ W/mK}$ の熱伝導率を有している。しかし、これは多くの用途に対し不十分である。

【0004】

ヒートシンクの熱伝導率についての厳しい要求に伴い、ダイヤモンドやダイヤモンド含有複合材料或いはダイヤモンド含有材料複合体も開発されている。即ちダイヤモンドの熱伝導率は $1000 \sim 2000 \text{ W/mK}$ であり、特に格子上における窒素原子および硼素原子の含有量が品質を決定づける。

【0005】

欧洲特許第0521405号明細書に、半導体側面に多結晶ダイヤモンド層を有するヒートシンクが記載されている。このヒートシンクは、ダイヤモンド層の塑性変形性不足のために、被着温度からの冷却時に既に、ダイヤモンド層に亀裂を生じてしまう。

【0006】

米国特許第5273790号明細書に、熱伝導率 1700 W/mK 以上のダイヤモンド複合材料が記載されている。その場合、型の中に緩く入れられたダイヤモンド粒子が、続く気相からのダイヤモンドの被着に伴い安定成形体に移行する。そのように製造するダイヤモンド複合材料は、量産部品に商用利用するには経費が過大である。

【0007】

国際公開第99/12866号パンフレットに、ダイヤモンド・炭化珪素複合材料の製造方法が記載されている。その製造は、ダイヤモンド骨格に珪素或いは珪素合金を浸透して行われる。珪素の高い融点と、それに伴う高い浸透温度のため、ダイヤモンドは部分的に炭素に転換されるか、更に続いて炭化珪素に転換される。この材料の機械加工性は、その高い脆性のために極めて問題があり、経費がかかり、従ってその複合材料はまだヒートシンクに利用されていない。

10

20

30

40

50

【0008】

米国特許第4902652号明細書は、焼結ダイヤモンド材料の製造方法を開示する。その場合、元素周期表のIVa族、Va族およびVIa族の遷移金属の元素、硼素および珪素を、物理的被覆法によって、ダイヤモンド粉末上に沈着させる。続いて、その被覆済みダイヤモンド粒子を、固相焼結工程で相互に結合する。そのようにして得た製品は、過大な有孔率と、多くの用途にとって低過ぎる熱膨張率とを有する欠点がある。

【0009】

米国特許第5045972号明細書は、粒径1～50μmのダイヤモンド粒子の他に金属マトリックスを含む複合材料を開示する。金属マトリックスはアルミニウム、マグネシウム、銅、銀或いはそれらの合金から成る。金属マトリックスはダイヤモンド粒子に十分結合されず、そのため十分な熱伝導率と機械的強度が得られないと言う欠点がある。また米国特許第5008737号明細書で公知のように、例えば粒径3μm以下の細かいダイヤモンド粉末を利用して、ダイヤモンド・金属接着性を改善できない。米国特許第5783316号明細書に、ダイヤモンド粒子をW、Zr、Re、Cr或いはチタンで被覆する方法が開示されている。被覆済み粒子は続く工程で圧縮され、この多孔質体に、例えばCu、Ag或いはCu・Ag溶融物が浸透される。その高い被覆費は、製造した複合材料の用途分野を制限する。欧洲特許第0859408号明細書は、マトリックスがダイヤモンド粒子と金属炭化物から成るヒートシンク用材料を開示する。マトリックス内の隙間は金属で充填されている。金属炭化物として、元素周期表IVa～VIa族の金属の炭化物が挙げられている。特に欧洲特許第0859408号明細書では、TiC、ZrCおよびHfCが強調されている。特に有効な充填金属として、Ag、Cu、AuおよびAlが挙げられている。しかし金属炭化物は熱伝導率が低い欠点があり、TiC、ZrC、HfC、VC、NbCおよびTaCの熱伝導率は10～65W/mKの範囲にある。また元素周期表IVa～VIa族の金属は、例えば銀のような充填金属に可溶性を有し、そのため金属相の熱伝導率が著しく低下すると言う欠点がある。

【0010】

欧洲特許第0898310号明細書は、ダイヤモンド粒子と、Cu、Ag、Au、Al、Mg、Znの群の高熱伝導率の金属或いはその合金と、元素周期表IVa族、Va族の金属の炭化物と、Crとから成り、その金属炭化物がダイヤモンド粒子の表面を少なくとも25%覆うヒートシンクを開示する。ここでも、元素周期表IVa族、Va族の金属の炭化物およびCrの悪い熱伝導率と、これら元素のCu、Ag、Au、Al、Mg、Znへの可溶性と、それに伴う熱伝導率の低下が不利に作用する。近年、半導体構成要素の動作速度および集積度が著しく上昇し、パッケージ内の発熱量が増大している。従って、最良の熱管理は常に主要な基準となっている。上述した材料の熱伝導率は多くの用途にとって十分でないか、製造費が広い用途に対して高過ぎる。改善された安価なヒートシンクの有用性は、半導体構成要素の一層の最適化に対する前提となっている。

【0011】

本発明の課題は、ヒートシンクとして利用される部品に対して、高熱伝導率および低熱膨張率を有し、安価な製造を可能にする加工特性を持った複合材料を得ることにある。この課題は請求項1に記載の部品、即ち、平均粒径5～300μmのダイヤモンド粒子を40～90体積%含む複合材料から成るヒートシンク用の部品において、前記複合材料が、0.005～1.2体積%の珪素・炭素化合物と、7～49体積%のAg、Au又はAl豊富相と、5体積%以下の他の相とを含み、Ag、Au又はAl豊富相と珪素・炭素化合物との体積比が4より大きく、ダイヤモンド粒子の表面が珪素・炭素化合物で少なくとも60%覆われていることを特徴とする部品、によって解決される。

【0012】

本発明に基づく部品は、ダイヤモンド粒子と、Ag、Au又はAl豊富相との間の接着性を、両者間に形成した珪素・炭素化合物で改善する。この化合物を得るべく、珪素・炭素化合物の厚さはnm範囲、又は60%以上の被覆率で既に十分足りる。被覆率とは、珪素・炭素化合物で覆われるダイヤモンド粒子表面の割合を意味する。これは、その前提に

10

20

30

40

50

応じて、0.005体積%以上の珪素・炭素化合物の含有量に相当する。金属炭化物に比べ、炭化珪素は約250W/mKの極めて高い熱伝導率を持つ。室温でのAg、Au、AlのSiへの可溶性が極めて小さい故、この金属の純粋状態で非常に高い熱伝導率は極く僅か低下するだけである。Ag、Au、AlとCu或いはNiとの合金は、同様に十分高い熱伝導率を有し、溶解する僅かなSiによって許容できない程には悪化しない。

【0013】

また、非常に延性のあるAg、Au又はAlミクロ組織成分に基づき、大きな機械加工性が生ずる。更に経済的な製造に關し、Ag、Au又はAl豊富ミクロ組織成分が高い熱伝導率を持つため、ダイヤモンド含有量を減らせる利点がある。ダイヤモンド、炭化珪素および金属相の含有量変更により、熱伝導率および熱膨張に關し、種々の要件にぴったり合ったヒートシンクを製造できる。その他のミクロ組織成分は、その含有量が5体積%を超過しない限り、特性を許容できない程低下させない。この成分として、純珪素および純炭素が挙げられる。確かにそれらのミクロ組織成分は僅かに熱伝導率を悪くするが、これらは熱膨張率を減少させ、熱膨張率に有利に作用する。これらは、時には製造技術的にかなり経費をかけねば完全に防止できない。炭化珪素およびAg、Au又はAl豊富相の特に有利な含有量は、0.1~7および7~30体積%である。実験の結果、ダイヤモンド粉末が幅広い粒径分布で製造可能なことが確認されている。天然ダイヤモンドの他に安価な人工ダイヤモンドも処理できる。普通に被覆したダイヤモンドでも優れた製造結果が得られる。このため、個々の場合において安価な種類のダイヤモンドが利用できる。熱伝導率について極めて厳しい要件を課すものの経費的に問題ない用途には、平均粒径50~150μmのダイヤモンド粒子を利用するとよい。また、最高熱伝導率値は20~30体積%のAgの利用により得られる。電子構成要素に対するヒートシンクとしての部品の採用に対し、この部品をNi、Cu、Au、Ag又はそれらの合金で被覆し、次いで、例えばAl₂O₃又はAlNのセラミック枠にろう付けする。

10

20

30

40

【0014】

製造には種々の方法が使用できる。即ち炭化珪素で被覆したダイヤモンド粉末をAg、Au又はAlと高温又は高圧力下で圧縮できる。これは、例えば高温プレスや等温プレスで行う。浸透が起ると特に好ましい。その際、ダイヤモンド粉末の他に結合剤も含む前駆物質又は中間物ができる。ここでは、熱を発生しつつ大部分が熱分解する結合剤が特に好ましい。結合剤含有量は1~20重量%にするとよい。ダイヤモンド粉末および結合剤を通常の混合機又は粉碎機で混合する。その後、成形を行い、この成形は型内に流し込み、無圧又は例えればプレスで加圧することで、又は粉末金属射出成形により行う。続く工程で、中間物を、結合剤が少なくとも部分的に熱分解する温度に加熱する。しかし結合剤の熱分解は、浸透工程の加熱中にも行える。浸透工程は無圧又は加圧下に行う。後者は通常、圧搾鋳造と呼ばれる。浸透材料として、Si含有量50重量%未満のAg・Si合金、Au・Si合金又はAl・Si合金から成る箔を利用するとよい。その組成の選択に際し、各合金の液相線が1200、好ましくは1000より高くないよう考慮すべきである。さもないと、過度の分量のダイヤモンドが分解してしまう。浸透に対し共晶組成の箔が特に適する。この部品は、半導体構成要素の放熱に対して特に有効に利用できる。又本発明に基づく複合材料は、例えれば航空機・宇宙機工業や自動車工業等の他の分野におけるヒートシンクとしても採用できる。

【0015】

次に製造例によって本発明を詳細に説明する。

【0016】

実施例1

平均粒径40~80μmの等級IIAの天然ダイヤモンド（エレメントSi GmbH社のMicron+SND）を、エポキシ樹脂に基づく7体積%の結合剤と混合した。製造した前駆物質又は中間物を、金型プレスで200MPaの圧力で、寸法35×35×5mm³のプレートの形に圧縮した。プレートの有孔率は約15体積%であった。次の工程でプレートを共晶Ag・Si合金から成る箔で覆った。Si含有量は11原子%であり、

50

炉内で浸透のために真空中で 860 の温度に加熱した。保持時間は 15 分であった。400 で約 10 分にわたり保持した上で室温に冷却したとき、存在する相の体積含有量を、定量金属組織学的に検出した。その際、炭化珪素の値は約 2 体積%であり、炭化珪素はダイヤモンド粒子を大部分にわたって一様に取り囲んだ。この炭化珪素被覆の小さな層厚のため、炭化珪素相の変化は検知されなかった。その組織は、ダイヤモンドおよび炭化珪素の他に、共晶組成をなす Si 析出物が埋設された Ag 豊富相から成っていた。Ag 豊富相の含有量は約 12 体積%、Si の含有量は約 1 体積%であった。EDX により、Ag 豊富相に Ag 以外の成分は検出されず、従って所定の検出限界に基づき、Ag 含有量が 99 原子%であることが推論される。熱伝導率および熱膨張率を検出すべく、プレートをレーザおよびエロージョンで加工した。室温における熱伝導率として、平均値 450 W / m K を測定した。熱膨張率は、平均値で $8.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ であった。 10

【0017】

実施例 2

別の実験で、平均粒径 40 ~ 80 μm のエレメント SiX GmbH 社の等級 Micro + MDA の人工ダイヤモンドを加工した。加工は実施例 1 と同様に行なった。この複合材料の室温での平均熱伝導率は 410 W / m K、平均熱膨張率は $9.0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ であった。

【0018】

20

実施例 3

実施例 3 として、平均粒径 40 ~ 80 μm のエレメント SiX GmbH 社の等級 Micro + MDA の人工ダイヤモンドを加工した。前駆物質の製造は、実施例 1 と同様に行なった。圧縮した前駆物質の共晶 Ag · Si 溶融物による浸透は、熱間加工鋼から成る鋳型を 150 に加熱する通常の圧搾鋳造装置で、約 40 MPa の気体圧力下で実施した。Ag · Si 溶融物の温度は約 880 であった。室温迄のゆっくりした冷却は、400 での約 15 分間にわたる保持に續いて実施した。そのように製造した複合材料の室温での平均熱伝導率は 480 W / m K、平均熱膨張率は $8.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ であった。

【0019】

30

実施例 4

平均粒径 40 ~ 80 μm のエレメント SiX GmbH 社の等級 Micro + SND の人工ダイヤモンドを、実施例 3 に基づき加工したが、浸透温度からの冷却時に約 400 における 15 分間にわたる保持過程は実施しなかった。そのように製造した複合材料の室温での平均熱伝導率は 440 W / m K、平均熱膨張率は $8.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ であった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

C 2 2 C 26/00
C 2 2 C 1/05

Z
P

(56)参考文献 米国特許第06179886(US, B1)

特開2001-339022(JP, A)

国際公開第02/042240(WO, A1)

特開平02-199062(JP, A)

特開平04-259305(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/52
C04B 41/88
C22C 26/00
C22C 9/10
C22C 5/00
H01L 23/373
B22F 3/14, 3/26